### JP10048437

# Title: PRODUCTION OF PREFORM FOR REFRACTIVE INDEX DISTRIBUTED PLASTIC OPTICAL FIBER

#### Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To suppress increase in transmission loss due to bending by filling a cylindrical container which is to be formed as a clad and contains a nonpolymerizable compd. in a container wall with monomers to form a core, and polymerizing the monomers to form the core. SOLUTION: The clad part is produced by putting monomers containing a nonpolymerizable compd. in a cylindrical polymn. container, rotating the cylindrical polymn. container while maintaining the container horizontal to polymerize the monomers. The core part is formed by adding a polymn. initiator and a chain moving agent to a mixture of monomers and nonpolymerizable compd., supplying the mixture to the polymn. container in which the clad part is formed, rotating and heating the polymn. container to polymerize. When the core part of specified thickness is formed and the proportion of unreacted monomers is &It;5%, the polymn. is completed. During forming the core part, polymers and nonpolymerizable compd. are dissolved from the inner surface of the clad part into the monomer soln., so that changes in the refractive index on the core/clad border is smoothened.

## (19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-48437

(43)公開日 平成10年(1998) 2月20日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>		識別記号	<b>庁内整理番号</b>	$\mathbf{F}$ I			技術表示箇所
G 0 2 B	6/00	366		G02B	6/00	366	
	6/18				6/18		

審査請求 未請求 請求項の数2 OL (全 4 頁)

(21)出願番号 (71)出願人 000183406 特願平8-209693

住友電装株式会社 (22)出願日 平成8年(1996)8月8日

三重県四日市市西末広町1番14号

(72)発明者 中村 哲也

三重県四日市市西末広町1番14号 住友電

装株式会社内

(74)代理人 弁理士 青山 葆 (外1名)

### (54) 【発明の名称】 屈折率分布型プラスチック光ファイバ用プリフォームの製造方法

#### (57)【要約】

【課題】 曲げによる伝送損失増加が抑制された光ファ イバを与える屈折率分布型プラスチック光ファイバ用プ リフォームを簡単に製造する。

【解決手段】 容器壁に非重合性化合物を含んでいるク ラッドとなる円筒状容器の内部にコア部形成用モノマー を充填し、重合させてコア部を形成することにより屈折 率分布型プラスチック光ファイバ用プリフォームを製造 する。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 容器壁に非重合性化合物を含んでいるクラッドとなる円筒状容器の内部にコア部形成用モノマーを充填し、重合させてコア部を形成することを含んでなる屈折率分布型プラスチック光ファイバ用プリフォームの製造方法。

【請求項2】 クラッドとなる円筒状容器は、非重合性 化合物を含むモノマーを円筒状重合容器に入れ、該重合 容器を水平に保持して回転しながら、モノマーを重合さ せて製造したものである請求項1に記載の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、屈折率分布型プラスチック光ファイバ用プリフォームの製造方法に関し、さらに詳しくは、曲げによる光伝送損失の増加が抑制された光ファイバを与える屈折率分布型プラスチック光ファイバ用プリフォームの製造方法に関する。

#### [0002]

【従来の技術】屈折率分布型プラスチック光ファイバ用プリフォームの製造方法として、WO93/08488は、重合体からなる円筒状容器の内壁からモノマーの重合を進行させ、屈折率分布を形成する方法を開示している。具体的には、円筒状容器としてポリメチルメタクリレート(PMMA)管を用い、PMMA管の中空部にコアを作製する。このPMMA管は、メチリメタクリレート(MMA)モノマー溶液の入ったガラス管を回転させながら該モノマーを加熱重合することで作製され、コアは、非重合性化合物を含むMMAモノマー溶液をPMMA管に注入し、回転させながら加熱重合することにより形成され、これにより屈折率分布を有するプリフォームが作製できる。得られたプリフォームを加熱溶融により線引して、所定の径の光ファイバを得る。

【0003】上記の方法は、それ自体がクラッドとなる 重合体管の内側に、屈折率が連続的に変化するコアを作 製する方法であって、コア中に屈折率分布を形成するために、非重合性化合物を用いるところに特徴がある。円 筒重合体管にコアの原料であるモノマー溶液を注入する と、該原料モノマーは、重合体管の内壁表面を一部溶か す。重合はゲル効果により、粘度が高くなった内壁表面 から円筒の中心に向かって進行するので、中心に向かう ほど屈折率の大きい非重合性化合物の濃度が高くなる。 したがって、連続的な屈折率分布が形成される。ここ で、クラッドとなる円筒管を形成する重合体は、コアと なる重合体の一部または大部分と同一のモノマーから重 合した重合体で、コアの原料であるモノマー溶液に溶け ることが条件である。

【0004】特開平5-173026号公報は、それ自体がクラッドとなる円筒管を作製し、その中でコア部となるモノマー溶液を重合固化してプラスチック光ファイバ用プリフォームを製造する方法を開示している。重合

が中空管内表面から中心に向かって進行し、連続的に変化する屈折率分布を形成する点は上記WO93/08488の方法と同じであるが、屈折率分布を形成するための第2成分として、非重合性化合物ではなく、屈折率が異なる重合性のモノマーを用いている点が異なる。

【0005】特開昭61-130904号公報も、それ自体がクラッドとなる円筒管を作製し、その中でコア部となるモノマー溶液を重合固化してプラスチック光ファイバ用プリフォームを製造する方法を開示している。上記の公報に開示された発明と異なるのは、コアの形成に用いる溶液が、例として、MMAモノマーを用いた場合、MMAモノマーとMMAモノマーより反応性比が低く屈折率がPMMAより高いモノマーの混合溶液であることである。特開昭61-130904号公報に記載の方法では、反応性比の高いMMAの重合が重合体の円筒管の内壁から進行するのに伴い、中心に向かって反応性比の低いモノマーの共重合比が高くなり、屈折率分布が形成される。

#### [0006]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記の 先行技術の方法によって製造したプリフォームから得ら れる光ファイバは、曲げによる光伝送損失が大きくなる という欠点がある。これは、クラッドとなる円筒管に単 一重合体または共重合体を用いるため、コア/クラッド の境界が明確になり、屈折率が滑らかに変化していない ためである。本発明は、コア/クラッドの境界での屈折 率が滑らかに変化しており、それ故に上記の従来技術が 有する欠点である曲げによる伝送損失の増加が抑制され る光ファイバを与える屈折率分布型プラスチック光ファ イバ用プリフォームの製造方法を提供しようとするもの である。

#### [0007]

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、本発明は、容器壁に非重合性化合物を含んでいるクラッドとなる円筒状容器の内部にコア部形成用モノマーを充填し、重合させてコア部を形成することを含んでなる屈折率分布型プラスチック光ファイバ用プリフォームの製造方法を提供する。本発明の1つの好ましい態様においては、クラッドとなる円筒状容器は、非重合性化合物を含むモノマーを円筒状重合容器に入れ、該重合容器を水平に保持して回転しながら、モノマーを重合させて製造したものである。

#### [0008]

【発明の実施の形態】本発明の製造方法では、最初に、 円筒状のクラッド部を形成する。このクラッド部の形成 方法は特に限定されないが、通常は、非重合性化合物を 含むモノマーを円筒状重合容器に入れ、該重合容器を水 平に保持して回転しながら、モノマーを重合させて形成 する。重合容器は、通常ガラス製であるが、他の材料、 例えば金属から作られていてもよい。重合容器のサイズ は、製造するプリフォームの大きさに合わせて適宜選択 すればよい。円筒状クラッド部は、円柱状に形成したク ラッド用重合体の塊をくりぬいて製造することもでき る。または、非重合性化合物を含む重合体を押出し成形 により円筒状に製造することもできる。

【0009】クラッド部を形成するポリマーとしては、 従来からプラスチック光ファイバに用いられている無色 で透明度の高いプラスチックを用いることができる。こ のようなプラスチックを与えるモノマーとしては、以下 のようなメタクリル酸エステル、スチレン系化合物、フ ッ素化アクリル酸エステル、フッ素化メタクリル酸エス テル等を例示することができる:

(a) メタクリル酸エステルおよびアクリル酸エステル メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル 酸イソプロピル、メタクリル酸tーブチル、メタクリル 酸ベンジル、メタクリル酸フェニル、メタクリル酸シク ロヘキシル、メタクリル酸ジフェニルメチル等; アクリ ル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸tーブチル、アクリル酸フェニル等;

#### (b) スチレン系化合物

スチレン、α-メチルスチレン、クロロスチレン、ブロ モスチレン、ジクロロスチレン、ジブロモスチレン等; (c)フッ素化アクリル酸エステル

- 2,2,2-トリフルオロエチルアクリレート等;
- (d)フッ素化メタクリル酸エチル
- 1,1,2-トリフルオロエチルメタクリレート等。

【 O O 1 O 】このようなモノマーに、重合開始剤及び非重合性化合物、並びに所望により添加剤(たとえば、連鎖移動剤)を加え、適当量を重合容器に入れる。重合容器をモータで回転しながら、加熱装置により加熱して重合容器の内壁上でモノマーを重合させて、クラッド部を形成する。モノマーの量は、重合容器の大きさとクラッド部の厚さから決定すればよい。また、過剰量のモノマーを入れ、所望の厚さのクラッド部が形成された時点で重合を止め、不要なモノマーを重合容器から排出してもよい。

【 O O 1 1】非重合性化合物としては、室温またはそれ以上の温度において液体であり、クラッドおよびコアに用いる重合体と相溶性があり、沸点が高く、無色透明の化合物を用いる。そのような化合物として、以下の化合物が例示できる:安息香酸ベンジルなどの安息香酸エステル、セバシン酸ジブチルなどのセバシン酸エステルやその他アルキル二塩基酸エステル、フタル酸ジメチル、フタル酸ジオクチルなどのフタル酸エステル、ブロモベンゼンなどのハロゲン化化合物、ジフェニルスルフィドのような硫黄化合物がある。

【0012】クラッド部に含まれる非重合性化合物の濃度は、 $0.1\sim20$ 重量%、好ましくは $1\sim10$ 重量%の範囲であり、コア部に含まれる非重合性化合物の濃度よりも低く設定する。

【0013】コア部を形成するポリマーの原料となる溶液は、クラッド部の形成に用いたモノマーに、非重合性化合物を混合して調節する。

【0014】コア部を形成するには、上記のようなモノマーと非重合性化合物の混合物に、重合開始剤や連鎖移動剤などを加え、クラッド部を形成した重合容器に入れ、重合容器を回転させながら、加熱して、重合させる。所定厚さのコア部が形成され、未反応モノマーが5%以下になった時点で重合を終了する。このコア部の形成の際、クラッド部の内表面から重合体と共に非重合性化合物がコアとなるモノマー溶液に溶解される為、コア/クラッド境界での屈折率の変化が滑らかとなる。

#### 【0015】

【発明の効果】本発明によれば、プリフォームのクラッド/コア境界での屈折率の変化が滑らかになり、プリフォームから製造される光ファイバの曲げによる伝送損失の増大を抑制することができる。

#### [0016]

【実施例】以下に実施例を示し、本発明を具体的に説明 する。

#### 実施例1

MMAモノマーに対して、非重合性化合物として安息香酸ベンジルを5重量%、開始剤として過酸化ベンゾイルを0.1重量%、連鎖移動剤(分子量調節)としてn-ブチルメルカプタンを0.2重量%配合した溶液を円筒状の重合容器に封入し、重合容器を水平に保持した状態で2000rpmで回転させながら80℃で、モノマーを加熱重合して、非重合化合物を含むPMMA管を製造した

【0017】PMMA管の製造後、その中空部にコアの原料となるMMA溶液を注入した。溶液には、MMAに対して安息香酸ベンジルを20重量%配合した。重合管の封管後、重合管を水平に保持した状態で5rpmで回転させながら90℃でMMA溶液を加熱重合してプリフォームを得た。プリフォームの屈折率分布は図1に示すとおりである。クラッドとコアとの屈折率差△nは0.015であり、NAは0.2であった。

【0018】このプリフォームを線引きして、直径1000μmの光ファイバを製造した。光ファイバの曲げによる伝送損失の増加は、波長650mmの光を用いて曲げ半径10mmで0.24dBであった。伝送損失の増加は、光ファイバを半径10mmで180°曲げた時の損失増加を測定した。一方、低NAのステップインデックス型(SI型)のプラスチック光ファイバ(NA=0.34)では、曲げ半径10mmの時、伝送損失増加は1.1dBであった。

#### 【0019】実施例2

コア部のモノマーに対して、原料となるMMA溶液に配合する非重合性化合物として安息香酸ベンジルの代わりにジフェニルスルフィドを用いる以外は実施例1と同様

の手順でプリフォームを製造した。プリフォームの屈折率分布を図2に示す。 $\Delta$ nは、0. 024であり、NAは0. 27であった。光ファイバの曲げによる伝送損失の増加は、0. 20d Bであった。

#### 【0020】実施例3

MMAモノマーに対して、非重合性化合物としてセバシン酸ジブチルを7重量%、開始剤として過酸化ベンゾイルを0.1重量%、連鎖移動剤としてnーブチルメルカプタンを0.2重量%配合した溶液を円筒状の重合容器に封入し、重合容器を水平に保持した状態で2000rpmで回転させながら80℃で、モノマーを加熱重合して、非重合化合物を含むPMMA管を製造した。

【0021】PMMA管の製造後、その中空部にコアの 原料となるMMA溶液を注入した。溶液には、MMAに 対してジフェニルスルフィドを25重量%配合した。重合管の封管後、重合管を水平に保持した状態で5rpmで回転させながら90℃でMMA溶液を加熱重合してプリフォームを得た。プリフォームの屈折率分布を図3に示す。 $\Delta$ nは、0.032であり、NAは0.32であった。光ファイバの曲げによる伝送損失増加は、0.18d Bであった。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 実施例1で得たプラスチック光ファイバ用プリフォームの屈折率分布を示す図。

【図2】 実施例2で得たプラスチック光ファイバ用プリフォームの屈折率分布を示す図。

【図3】 実施例3で得たプラスチック光ファイバ用プリフォームの屈折率分布を示す図。

